

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **03-087349**

(43)Date of publication of application : **12.04.1991**

(51)Int.Cl. **C23C 8/10**

(21)Application number : **01-224859**

(71)Applicant : **SHOWA ELECTRIC WIRE & CABLE CO LTD**

(22)Date of filing : **30.08.1989**

(72)Inventor : **SAKAMOTO NAOSHI
IMAI AKIRA
KATSUKI SHIRO
KARASAWA KOICHI**

(54) METHOD FOR COLORING TITANIUM OR TITANIUM ALLOY

(57)Abstract:

PURPOSE: To form a film excellent in hardness, wear resistance, and corrosion resistance by forming an oxide film on the surface of a material to be treated composed of titanium, chemically etching the surface of the material to be treated under the above oxide film, and carrying out oxidation treatment until the oxide film has the prescribed color tone.

CONSTITUTION: Electrical heating is applied to the surface of a material to be treated composed of titanium or titanium alloy, e.g. in an oxidizing atmosphere to form an oxide film. Subsequently, the material to be treated is immersed into a mixed solution of nitric acid, hydrofluoric acid, and water, by which the surface of the material to be treated under the above oxide film is chemically etched. Then oxidation treatment is performed by means of electrical heating until the oxide film has the prescribed color tone. As the above material to be treated, a wire of Ni-Ti alloy having shape memory characteristics is used. By this method, neutral tints in which metallic luster is controlled can be obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報(A) 平3-87349

⑤Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬公開 平成3年(1991)4月12日

C 23 C 8/10

7139-4K

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

⑭発明の名称 チタンまたはチタン合金の着色法

⑯特 願 平1-224859

⑰出 願 平1(1989)8月30日

⑱発明者 坂本 直志 神奈川県川崎市川崎区小田栄2丁目1番1号 昭和電線電
 ⑱発明者 今井 章 神奈川県川崎市川崎区小田栄2丁目1番1号 昭和電線電
 ⑱発明者 香月 史朗 神奈川県川崎市川崎区小田栄2丁目1番1号 昭和電線電
 ⑱発明者 唐沢 好一 神奈川県川崎市川崎区小田栄2丁目1番1号 昭和電線電
 ⑲出願人 昭和電線電纜株式会社 神奈川県川崎市川崎区小田栄2丁目1番1号
 ⑳代理人 弁理士 須山 佐一 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

チタンまたはチタン合金の着色法

2. 特許請求の範囲

(1) (イ) チタンまたはチタン合金よりなる被
 処理物の表面に酸化皮膜を生成する工程と、

(ロ) 前記酸化皮膜下の被処理物表面を化学的に
 腐蝕する工程と、

(ハ) 次いで前記酸化皮膜が所定の色調を有する
 まで酸化処理を施す工程とからなることを特徴と
 するチタンまたはチタン合金の着色法。

(2) 被処理物は形状記憶特性を有するNi-Ti合
 金よりなる素材である請求項第1項記載のチタン
 またはチタン合金の着色法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はチタンまたはチタン合金(金属間化合
 物を含む。)の着色法に関する。

〔従来技術〕

従来、チタンの着色法として陽極酸化法や熱酸

化法によるものが知られている。

前者の方法は陽極酸化により、また後者の方法
 は高温の酸素を含む雰囲気中で表面を酸化させる
 ことにより被処理物表面に透明な酸化皮膜を形成
 し、この皮膜の表面と下地金属表面との間で生ず
 る多重反射により干渉色を生ぜしめるものである。

上記の干渉色は皮膜が厚くなるに従って種々の
 色調を呈するが、干渉色は特定の波長を強く反射
 するため色調のスペクトル幅が狭く彩やかな単色
 系の色調しか得られない上、皮膜の厚さが薄いた
 め下地金属からの反射を反映し金属光沢を有する
 色調を呈するという問題がある。

着色の目的を大別すれば、(イ) 彩やかで美しく、
 人目を引くこと、(ロ) 落着いた色調の装飾
 に用いること、および(ハ) 異物として目立たな
 いことに分類されるが、上記の従来技術では(ロ)
 の目的には適さず、特に(ハ)を目的とする場合
 には利用できない。

たとえば歯列矯正用のワイヤは歯の色調に近似
 し、なるべく装飾していることが目立たないこと

が美観上要求される。このため従来はワイヤにテフロン等をコーティングしたのも用いられているが以下の欠点を有する。

- ①耐摩耗性および密着強度が小さいため、使用中にすぐに剥離する。
- ②硬度が小さいため傷がつき易くすぐに着色する。
- ③コーティングによりワイヤの外径が大きくなるとともに寸法精度が低いため、ワイヤがブラケットの隙間をスムーズに移動せず矯正効果が低下する。

以上の理由により、現状においては銀色の金属色を呈するチタン合金ワイヤが多用されているのが実状である。さらにワイヤを固定するためのブラケットに透明なセラミックス製のものが開発されるに及んでワイヤに前記(ハ)の目的を満たす着色法の開発が急務となっている。

[発明が解決しようとする課題]

本発明は上記の問題を解決するためになされたもので、種々の中間色の色調を有し、かつ金属光沢を抑制した色調を呈するチタンまたはチタン合

金の着色法を提供することをその目的とする。

本発明の他の目的は、耐摩耗性、耐食性および耐剥離性に優れたチタンまたはチタン合金の着色法を提供することにある。

[課題を解決するための手段]

上記目的を達成するために本発明のチタンまたはチタン合金の着色法は、

(イ) チタンまたはチタン合金よりなる被処理物の表面に酸化皮膜を生成する工程と、

(ロ) 前記酸化皮膜下の被処理物表面を化学的に腐蝕する工程と、

(ハ) 次いで前記酸化皮膜が所定の色調を有するまで酸化処理を施す工程とからなるものである。

本発明における酸化皮膜の生成は、酸素を含む雰囲気中で通電加熱するか、あるいは高温の酸素雰囲気中に保持することにより行われる。この場合、雰囲気としては酸素を含んでいればよく、必要な色調を得るために他の元素を含む気体を混合したり、または有機溶剤等を気化させて用いることもできる。圧力は特に限定されず高圧、大気圧、

[作用]

本発明においては、酸化皮膜生成後の化学的処理において、皮膜のピンホール等の欠陥部を通して下地金属表面がエッチングされて微細な凹凸が形成されるとともに、膜表面の微小部分が剥離し、不均一な厚さの皮膜が形成される。ここで再酸化すると酸化皮膜の下に新たな酸化皮膜が成長する。この時、初めに生成した皮膜が薄い場合には2つの皮膜は強固に一体化し、全体の色調はこれ等の膜厚の合計としての平均厚さに依存して発色するので局部的には膜厚に依存した色調を呈するが、全体として均一な中間色を得ることができる。さらに皮膜の表層部分は酸素が一部離脱し僅かに不透明な状態となることと、下地金属面および皮膜表面の微小な凹凸との相乗効果により金属光沢を十分に抑えることができる。

[実施例]

以下、本発明の一実施例について説明する。

0.5mm×0.5mmの矩形断面を有する長さ40mmの形状記憶特性を有するNi-Ti合金(50Ni-50Ti)

低圧のいずれも可能であり、チタンまたはチタン合金は高温で活性であるため300～500℃に加熱すると選択的に容易に酸化され、透明な酸化皮膜が時間と共に厚く生成される。この酸化皮膜はその膜厚に応じて

金色→赤紫色→紫色→青色→金色

の彩やかな干渉色を順次呈する。

このようにして生成された酸化皮膜下の下地金属を化学的に腐蝕する。たとえば弗酸、硝酸および水の混合液に浸漬することによりほぼ干渉色が認められなくなるまでエッチングを施す。ここで水洗乾燥後、再度、所定の色調が得られるまで酸化させる。

この酸化工程も上述と同様の方法で行われる。

なお上記の工程は、被処理物が線状体である場合、加熱炉、エッチング処理槽、水洗槽、乾燥炉および加熱炉をタンデムに配置して連続して行うこともできる。

なお本発明においては、酸化皮膜生成→化学的腐蝕の工程を必要に応じて繰返してもよい。

at%)線を酸化性雰囲気中でAC 30V×1分間通電加熱し、酸化皮膜を生成させた。

次いで硝酸40%、弗酸10%、水50%(vol%)の混合液に室温で1分間浸漬し、表面が淡灰青色の干渉色を呈する状態にエッチングを施した。

この後、AC 33V×3分間の通電加熱により金属光沢を十分に抑えた淡黄色のの色調を呈する皮膜が得られた。

〔発明の効果〕

以上述べたように本発明によれば、(イ)金属光沢を抑えた中間色が得られる。(ロ)下地金属(チタンまたはチタン合金)の寸法精度を維持することができる。(ハ)皮膜は薄く、かつ密着強度が大きいため、曲げによる剥離を生じない。

(ニ)硬度、耐摩耗性、耐食性に優れた皮膜を生成させることができる。(ホ)線材や異形の被処理物に適用できる。(ハ)有害な重金属等を含まないため生体への適用性に優れる等の利点を有する。

本発明の方法は、たとえば歯列矯正用の形状記

憶特性を有するNi-Ti合金に応用できる。

出願人 昭和電線電纜株式会社

代理人 弁理士 須山 佐一

(ほか1名)